

51

Int. Cl.:

B 01 d

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

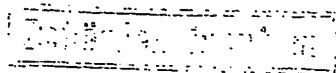
DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 12 e, 3/01

12 d, 30



10

11

21

22

43

44

# Auslegeschrift 1 619 940

Aktenzeichen: P 16 19 940.9-43 (W 44822)

Anmeldetag: 21. September 1967

Offenlegungstag: —

Auslegungstag: 18. Juni 1970

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: 29. Dezember 1966

33

Land: V. St. v. Amerika

31

Aktenzeichen: 605690

54

Bezeichnung: Verfahren zum Filtrieren und Entgasen einer Flüssigkeit hoher Viskosität und Apparatur zur Durchführung

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Western Electric Company Inc., New York, N. Y. (V. St. A.)

Vertreter:

Fecht, Dipl.-Ing. H.; Blumbach, Dipl.-Ing. P. G.;  
Weser, Dipl.-Phys. Dr. rer. nat. W.; Patentanwälte, 6200 Wiesbaden

72

Als Erfinder benannt: Helmke, George Edward, Millington, Bernards Township,  
N. J. (V. St. A.)

56

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

ORIGINAL INSPECTED

⊕ 6.70 009 525/263

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Filtrieren und Entgasen einer Flüssigkeit hoher Viskosität, bestehend aus den Arbeitsgängen des Durchpressens der Flüssigkeit unter Druck durch ein Filter und der Entgasung der filtrierte Flüssigkeit.

Es gibt Fälle, in denen es sehr wichtig ist, daß eine hochviskose Flüssigkeit (100 bis 10 000 cps) völlig von Mikropartikeln und Bläschen befreit wird, um den Anforderungen an ein gegebenes Endprodukt zu genügen. Beispiele solcher Fälle umfassen die Herstellung extrem dünner akustischer Bindungen mit Epoxy-Harzen, die Herstellung sehr scharfer Kantenbegrenzung bei Foto-Ätzstoffen, die Verminderung lichtzerstreuender Verunreinigungen in optischen Klebstoffen, die Herstellung von Einschlußmitteln, die frei von mikrobiologischer Verunreinigung sind, und die Erniedrigung des speziellen Verunreinigungsniveaus in Schmiermitteln für Präzisionsgeräte.

Die verschiedenen üblichen Filter- und Entgasungsverfahren zeigen jedoch einen oder mehrere Nachteile, wenn sowohl hochviskose Flüssigkeiten und ein Filter mit submikroskopischer Porengröße zusammenreffen und das Ergebnis ein Filtrat ist, das für die obigen Fälle zu unrein ist. Ein Problem besteht beispielsweise darin, daß Filterungs- und Entgasungsvorgänge physikalisch voneinander getrennt sind und daß sich somit eine Möglichkeit bietet, daß die Flüssigkeit durch Partikeln wieder verunreinigt wird. Außerdem ist das Filter selbst eine Quelle für Bläschen, deren Größe von der Größe der Filterporen abhängt. In Flüssigkeiten geringer Viskosität steigen diese Bläschen rasch zur Oberfläche und verteilen sich, aber in Flüssigkeiten hoher Viskosität wird die Bewegung der Bläschen, speziell kleiner Bläschen, auch unter hohem Entgasungsvakuum verhindert. Solche nicht entfernten Bläschen stellen Diskontinuitäten dar, welche die Flüssigkeit in empfindlichen Fällen unverwendbar machen.

Ein zusätzliches Problem, das durch die vorbekannte Technik der Flüssigkeitsreinigung ungelöst blieb, befaßt sich mit dem Ablauf der Arbeitsgänge in einer Art, die es ermöglicht, den ersten ausfließenden Teil der behandelten Flüssigkeit zu verwerfen und die reine Substanz direkt auf das Werkstück zu bringen.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, unter Vermeidung der Nachteile bei dem bisher bekannten ein verbessertes Verfahren zum Filtrieren und Entgasen einer Flüssigkeit hoher Viskosität verfügbar zu machen, bei dem eine höchste Reinheit der Flüssigkeit erreicht wird und zusätzlich der Ablauf der Arbeitsgänge günstiger gestaltet ist.

Die Erfindung besteht darin, daß die Temperatur der Flüssigkeit erhöht wird, bevor sie durch das Filter gepreßt wird, und daß das Filter vor dem Durchpressen der Flüssigkeit entgast wird, daß schließlich die Flüssigkeit durch ein Filter bei einem Druck im Bereich von 2,1 bis 4,2 kg/cm<sup>2</sup> gepreßt wird und daß die filtrierte Flüssigkeit direkt vom Filter in eine Entgasungskammer gelangt, welche auf einen Druck im Bereich von 0,1 bis 5 mm Hg gehalten wird.

Die Erfindung macht gleichermaßen eine Apparatur zur Durchführung des Verfahrens verfügbar, die dadurch gekennzeichnet ist, daß die Apparatur aus einer Filtereinrichtung in direkter Verbindung mit einer evakuierten Kammer, Vorrichtungen zum Einführen der Flüssigkeit unter Druck durch die

Einrichtung und in die evakuierte Kammer und Vorrichtung zum Evakuieren der Filtereinrichtung besteht.

Die reine Flüssigkeit wird direkt aus der Vakuumkammer abgezogen, und der erste ausfließende Teil kann verworfen werden, und die reine Flüssigkeit wird direkt aus der Vakuumkammer gezapft. Somit kombiniert das erfindungsgemäße Verfahren zum Filtrieren und Entgasen einer Flüssigkeit hoher Viskosität die bisher getrennten Arbeitsgänge des Filterns und Ausgasens. Das Ausgasen des Filters erfolgt vor dem Filtervorgang.

Die Erfindung soll an einem Ausführungsbeispiel unter Bezugnahme auf die Zeichnungen nachfolgend näher erläutert werden. In den Zeichnungen zeigt

Fig. 1 eine schematische Darstellung mit einer Apparatur, wie sie in einer bevorzugten Ausführungsform Verwendung findet, und

Fig. 2 einen Querschnitt durch die Apparatur.

Die gesamte Apparatur wird in Fig. 1 gezeigt und besteht aus einer Gasdruckleitung 1, die mit einer Druckkammer 3 verbunden ist, und einer Vakuumleitung 2, die über ein Vakuumfilter mit einer Vakuumkammer 4 verbunden ist. Die Kammern sind durch ein Teilstück 5 getrennt, welches das Filter trägt. Geeignete Regulierventile 6, 7 und 8 sind den Druck- und Vakuumleitungen angeordnet.

Fig. 2 zeigt im einzelnen den Aufbau der Kammern 3 und 4 und des Teilstücks 5. Kammer 3 ist vorteilhafterweise aus Metall konstruiert und besteht aus einem hohlen Innenraum 9, einem Hals 10, an welchem die Druckleitung 1 angebracht ist, einem Flüssigkeitseinlaß 11 mit einem geeigneten Druckventil 12 und einem Bodenflansch 13. Das Filterstützteil 5 besteht aus einem Teil 14 mit einem peripheren Flansch 15, der mit dem Flansch 13 verbunden ist, einer Führung 16 und einem oberen Trichterteil 17. Der letztere hat oberhalb einen kreisförmigen Teil 18, der die Filtereinrichtung 19 stützt. Diese Zusammenstellung enthält vorteilhafterweise ein gelochtes Blech aus nichtrostendem Stahl, ein Sieb mittlerer Maschengröße und schließlich ein Sieb kleiner Maschengröße (von denen keins gezeigt wird), die die Stützen für ein Membranfilter vorbekannter Art tragen. Diese haben eine Porengröße von 0,05 bis 10 Mikron je nach erforderlichen Filtrationsgrad.

Eine Gummidichtung 20 ist rund um den Boden des Innenraums 9 als Abdichtung zwischen Kammer 13 und Teilstück 5 vorgesehen, nachdem diese durch geeignete Hilfsmittel, wie die Schrauben 21, miteinander verbunden sind. Die Vakuumkammer 4 hat ein gläsernes Vakuumgefäß 22 mit dem seitlichen Hals 23, der an die Vakuumleitung 2 angeschlossen ist und den Bodenhals 24, der beispielsweise durch einen Stopfen 25 verschlossen ist. Die Oberkante des Behälters 22 sitzt an der Unterseite des Flansches 15 unter Zuhilfenahme einer Dichtung 26. Der kugelige Teil des Behälters 22 ruht auf einer stützenden Dichtung 27, die rings um eine Aussparung im Boden der Kammer 4 angeordnet ist. Die letztere ist mit der Einrichtung des Teilstücks 5 und der Kammer 3 durch einen Klemmring 28 verbunden, der das Gewinde 29 an der Kammer 4 und Flansch 13 der Kammer 3 erfaßt. Die äußeren Oberflächen der Filtereinrichtung werden vorteilhafterweise mit einer schwarzen Oxidschicht überzogen, so daß ihre Temperatur bequem unter Verwendung einer (nicht gezeigten) Infrarotlampe erhöht werden kann. Erhitzen beschleunigt die

Filtration stabiler Flüssigkeiten hoher Viskosität, wie wohl bekannt ist.

In einer Anwendung des Verfahrens zum Filtern eines Epoxyharzes wird ein Filter von 0,1 Mikron absoluter Porengröße verwendet. Das Harz wird in die Druckkammer 3 eingeführt und die Temperatur der Filtereinrichtung auf 50 bis 60° C erhöht, ein spezifischer Bereich, der durch die Wärmeabhängigkeit der Polymerisation des Epoxyharzes gegeben ist.

Als nächstes wird das glockenförmige Gefäß durch eine mit Falle versehene mechanische Vakuumpumpe auf einen Druck von beispielsweise weniger als 1 mm Hg evakuiert. Das Pumpen entfernt auch in gleicher Weise die Luft aus der Filtereinrichtung und Filtermembran, reicht aber nicht aus, um Flüssigkeit hindurchzusaugen. Danach wird Luft oder ein geeignetes Inertgas ausreichenden Drucks verwendet, um das erwärmte Epoxyharz durch die Filtermembran zu pressen. Das in dem glockenförmigen Gefäß befindliche Epoxyharz wird für eine Zeit von im Durchschnitt 5 bis 10 Minuten ausgegast.

Die Flüssigkeit hoher Viskosität wird durch das Filter bei einem Druck im Bereich von 2,1 bis 4,2 kg/cm<sup>2</sup> gepreßt, während die Entgasungskammer auf einen Druck im Bereich von 0,1 bis 5 mm Hg gehalten wird. — Beispielsweise kann das Epoxiharz eine Viskosität im Bereich von 500 bis 100 000 cps haben.

Nachdem der erste Anteil verworfen ist, wird das entstandene Erzeugnis nun direkt auf eine Unterlage, wie beispielsweise bei Ziffer 30 in Fig. 2 gezeigt, aufgebracht. Unter den obigen Bedingungen kann ein Volumen von etwa 10 ml in etwa 5 Minuten filtriert werden, was ausreichend innerhalb der Topfzeit

vieler Kunstharzrezepte liegt. Es ist notwendig, nach jeder Verwendung die alte Filtermembran zu ersetzen und die das Filter berührenden Teile auf einem hohen Grad von Sauberkeit zu halten. Der gesamte Vorgang sollte in einem Werkraum durchgeführt werden, der eine geringe Verunreinigung durch Staub hat, beispielsweise in einer Kabine mit laminarer Strömung.

#### Patentansprüche:

1. Verfahren zum Filtrieren und Entgasen einer Flüssigkeit hoher Viskosität, bestehend aus den Arbeitsschritten des Durchpressens der Flüssigkeit unter Druck durch ein Filter und der Entgasung der filtrierten Flüssigkeit, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Flüssigkeit erhöht wird, bevor sie durch das Filter gepreßt wird, und daß das Filter (19) vor dem Durchpressen der Flüssigkeit entgast wird, daß schließlich die Flüssigkeit durch ein Filter bei einem Druck im Bereich von 2,1 bis 4,2 kg/cm<sup>2</sup> gepreßt wird und die filtrierte Flüssigkeit direkt vom Filter in eine Entgasungskammer (4) gelangt, welche auf einem Druck im Bereich von 0,1 bis 5 mm Hg gehalten wird.

2. Apparatur zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Apparatur aus einer Filtereinrichtung (19) in direkter Verbindung mit einer evakuierten Kammer (4), Vorrichtungen (11) zum Einführen der Flüssigkeit unter Druck durch die Einrichtung und in die evakuierte Kammer und Vorrichtungen zum Evakuieren der Filtereinrichtung besteht.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

